METHOD FOR FORMING FINE PARTICLE FROM SILICONE RESIN, AND FINE PARTICLE OBTAINED BY THE SAME

Publication number: JP2003096198 (A)
Publication date: 2003-04-03
Inventor(s): SANTO HIDEYUKI; SUGIYAMA KUNITOSHI; ITO YOSHIHIKO; ARAI KUNIO; AJIRI MASAFUMI
Applicant(s): RICOH KK
Classification:
- international: ***G03G9/10; B01J3/00; B01J19/00; B09B3/00; B29B17/02; C08J3/12; G03G9/113;*** **G03G9/10; B01J3/00; B01J19/00; B09B3/00; B29B17/02; C08J3/12; G03G9/113;** (IPC1-7): C08J3/12; B01J3/00; B01J19/00; B09B3/00; B29B17/02; G03G9/10; G03G9/113; C08L83/04
- European:
Application number: JP20010289079 20010921
Priority number(s): JP20010289079 20010921

Abstract of **JP 2003096198 (A)**
PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for obtaining a silicone resin fine particle by employing a silicone resin as a starting material, and, in particular, to provide a means for effectively utilizing a silicone resin to be discarded. SOLUTION: The method for forming a fine particle from a silicone resin comprises forming a fine particle by treating a silicone resin with water in a supercritical state (a region of a pressure higher than the critical pressure and a temperature higher than the critical temperature) or a subcritical state (a region where the pressure is slightly lower than the critical pressure and/or the temperature is slightly lower than the critical temperature). As the silicone resin, a developer carrier for electrophotograph can be employed. A silicone resin fine particle and a core can be obtained from a carrier and the carrier can be regenerated.

(19)日本国特許庁（ＪＰ）　(12)公開特許公報（A）　(11)特許出願公開番号
特開2003－96198
（P2003－96198A）
(43)公開日　平成15年４月３日(2003.4.3)

(51)Int.Cl.⁷		識別記号	FI		テーマコード(参考)	
C08J	3/12	CFH	C08J	3/12	CFHZ	2H005
B01J	3/00		B01J	3/00	A	4D004
	19/00			19/00	N	4F070
B09B	3/00		B29B	17/02		4F301
		ZAB	G03G	9/10		4G075

審査請求　未請求　請求項の数６　ＯＬ　（全 ６ 頁）　最終頁に続く

(21)出願番号　特願2001－289079(P2001－289079)

(22)出願日　平成13年９月21日(2001.9.21)

(71)出願人　000006747
株式会社リコー
東京都大田区中馬込１丁目３番６号
(72)発明者　山東　秀行
東京都大田区中馬込１丁目３番６号　株式会社リコー内
(72)発明者　杉山　邦利
東京都大田区中馬込１丁目３番６号　株式会社リコー内
(74)代理人　100078994
弁理士　小松　秀岳　（外１名）

最終頁に続く

(54)【発明の名称】　シリコーン樹脂から微粒子を形成する方法及びこの方法により得られた微粒子

(57)【要約】
【課題】　シリコーン樹脂を原料としてシリコーン樹脂微粒子を得る方法を提供することであり、特に廃棄されるシリコーン樹脂の有効利用の手段を提供する。
【解決手段】　シリコーン樹脂を超臨界（臨界圧力、臨界温度以上の領域）又は亜臨界（臨界温度、臨界圧力より両方又はいずれか一方がわずかに低い領域）状態の水で処理して微粒子を形成することを特徴とするシリコーン樹脂から微粒子を形成する。シリコーン樹脂としては電子写真用の現像剤キャリアを用いることができ、キャリアからシリコーン樹脂微粒子、芯材を得ることができキャリアを再生できる。

1

【特許請求の範囲】

【請求項１】　シリコーン樹脂を超臨界（臨界圧力、臨界温度以上の領域）又は亜臨界（臨界温度、臨界圧力より両方又はいずれか一方がわずかに低い領域）状態の水で処理して微粒子を形成することを特徴とするシリコーン樹脂から微粒子を形成する方法。

【請求項２】　前記シリコーン樹脂が、オルガノシロキサン結合のみからなるストレートシリコーン、又はアルキド、ポリエステル、エポキシ、ウレタンのいずれかで変成したシリコーン樹脂であることを特徴とする請求項１記載のシリコーン樹脂から微粒子を形成する方法。

【請求項３】　前記シリコーン樹脂が、電子写真用の現像剤キャリアの被覆樹脂であることを特徴とする請求項１又は２記載のシリコーン樹脂から微粒子を形成する方法。

【請求項４】　請求項１～３のいずれかに記載のシリコーン樹脂から微粒子を形成する方法により得られた微粒子。

【請求項５】　請求項３記載の方法によって電子写真用の現像剤キャリアの表面のシリコーン樹脂をシリコーン樹脂微粒子として剥離形成し、キャリアの芯材を得、該芯材を再コートすることを特徴とするキャリアの再生方法。

【請求項６】　請求項５記載のキャリアの再生方法により得られた電子写真用現像剤キャリア用芯材。

【発明の詳細な説明】

【０００１】

【発明の属する技術分野】本発明は、シリコーン樹脂の微粒子の製造方法、特に超臨界又は亜臨界流体を用いた微粒子の製造方法に関する。また、電子写真用キャリアに付着したシリコーン樹脂の再利用技術に関し、シリコーン樹脂を用いるさまざまな分野、例えば光ファイバーの被覆樹脂の再利用にも応用可能である。

【０００２】

【従来の技術】超臨界流体を用いた粒子生成法としてＲＥＳＳ法、水熱合成法などがある。ＲＥＳＳ法は、原料を超臨界流体に溶解させた後、ノズルから噴射することによって急速に減圧させて粒子を析出させる方法で、ｎｍからμｍ径の粒子を生成することができる。水熱合成法は金属塩水溶液を加熱し加水分解させ、金属水酸化物を生成する方法、高温においては脱水反応が起き金属酸化物粒子が生成する方法である（以上水熱ハンドブックより）。

【０００３】また別の方法として、特開平９－９４４７３号公報及び特開平８－１１３６５２号公報に開示の方法がある。前者は超臨界流体中に固体粒子を分散し、ノズルから噴射させて破砕させ、微粒子を得る方法であり、後者は高分子固体を超臨界二酸化炭素又は極性有機溶媒に溶解させ、急速膨張させることにより高分子の微粒子を得る方法である。

2

【０００４】従来の技術の中では超臨界流体を用いてシリコーン樹脂から微粒子を形成する方法、シリコーン樹脂の分解と同時に微粒子を形成する方法、又は使用済みシリコーン樹脂をリサイクルして微粒子を形成する方法はなかった。

【０００５】

【発明が解決しようとする課題】従来のシリコーン樹脂微粒子を形成する方法は、新しい原料を用いて粒子を形成する方法であり、使用済みのシリコーン樹脂は不溶不融の物質で焼却も難しく有効な処理手段もなく、多くは埋め立てられている。特に一般の複写機の現像剤に用いられる電子写真用の現像剤キャリアは磁性体にシリコーン樹脂をコーティングした構成のものが多く使われており、劣化したキャリアは廃棄されるものが多く、再利用されてこなかった。

【０００６】そこで、本発明の目的は、第一にシリコーン樹脂を原料として微粒子を得る方法を提供することであり、特に廃棄されるシリコーン樹脂の有効利用の手段を提供することである。さらに廃棄される電子写真用の現像剤キャリアを本発明の方法によって処理することで、キャリアのコートのシリコーン樹脂から微粒子を得ること、かつシリコーン樹脂を除去したキャリア内部の芯材を再利用することである。

【０００７】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、鋭意検討の結果、シリコーン樹脂を超臨界又は亜臨界状態の水で処理して微粒子を得ることにより、本発明の目的を達成できることを見出した。すなわち、本発明は以下の（１）～（６）からなる。

【０００８】（１）シリコーン樹脂を超臨界（臨界圧力、臨界温度以上の領域）又は亜臨界（臨界温度、臨界圧力より両方又はいずれか一方がわずかに低い領域）状態の水で処理して微粒子を形成することを特徴とするシリコーン樹脂から微粒子を形成する方法。

【０００９】（２）前記シリコーン樹脂が、オルガノシロキサン結合のみからなるストレートシリコーン、又はアルキド、ポリエステル、エポキシ、ウレタンのいずれかで変成したシリコーン樹脂であることを特徴とする（１）記載のシリコーン樹脂から微粒子を形成する方法。

【００１０】（３）前記シリコーン樹脂が、電子写真用の現像剤キャリアの被覆樹脂であることを特徴とする（１）又は（２）記載のシリコーン樹脂から微粒子を形成する方法。

【００１１】（４）前記（１）～（３）のいずれかに記載のシリコーン樹脂から微粒子を形成する方法により得られた微粒子。

【００１２】（５）前記（３）記載の方法によって電子写真用の現像剤キャリアの表面のシリコーン樹脂をシリコーン樹脂微粒子として剥離形成し、キャリアの芯材を

得、該芯材を再コートすることを特徴とするキャリアの再生方法。

【００１３】（６）前記（５）記載のキャリアの再生方法により得られた電子写真用現像剤キャリア用芯材。

【００１４】本発明は、シリコーン樹脂を超臨界又は亜臨界状態の水で処理して微粒子を形成することを特徴とするもので、得られた微粒子は、均一粒子径をもった球形粒子である。

【００１５】超臨界及び亜臨界状態を説明するために、まず水の状態図を図５に示す。本発明における超臨界又は亜臨界状態の水の温度及び圧力としては、３００℃以上かつ２０ＭＰａ以上であることが好ましい。さらに、好ましい範囲は、３５０℃以上かつ２５ＭＰａ以上である。温度が３００℃未満、又は圧力が２０ＭＰａ未満であると、均一な径の粒子を得ることができない。

【００１６】更に、超臨界又は亜臨界状態における温度、圧力を調節することにより、この球形粒子の粒子径を制御することができ、容易な制御手段で球形粒子の粒子径を制御することが可能となる。一般に温度、圧力を高くするほど得られる粒子径は小さくなる。

【００１７】また、本発明において、超臨界又は亜臨界状態から、常温常圧に戻す過程は、急冷する又は急激膨張することが好ましい。このようにすることにより均一な径の粒子とすることができる。

【００１８】本発明のシリコーン樹脂から微粒子を得る操作としては、反応容器に原料のシリコーン樹脂を１度に仕込み、超臨界又は亜臨界状態の水は実質的に回分操作で得て、反応後１度に排出する回分操作であり、水の量がシリコーン樹脂の少なくとも１倍以上であることが好ましい。シリコーン樹脂の量に比べて水の量が少ない＊と樹脂が充分分解されず粒子が得られない。また、流通管内に原料を仕込み、そこに超臨界又は亜臨界状態の水を流すことで反応させることもできる。

【００１９】本発明に用いるシリコーン樹脂としては、オルガノシロキサン結合のみからなるストレートシリコーン、又はアルキド、ポリエステル、エポキシ、ウレタンなどで変成したシリコーン樹脂が好ましい。シリコーン樹脂は、新しい原料を用いてもよいが、電子写真用の現像剤キャリアの被覆樹脂であってもよい。現像剤キャリアとしては、不良もしくは使用済みのキャリアであってもよい。

【００２０】シリコーン樹脂として電子写真用の現像剤のキャリアの被覆樹脂を用いると、超臨界又は亜臨界状態の水によりキャリアが処理される。すなわち、キャリアからシリコーン樹脂がシリコーン樹脂微粒子として剥離形成され、キャリアが芯材とシリコーン樹脂に分離される。得られた芯材は回収し洗浄乾燥した後、再びコートすることによりキャリア用芯材としてリサイクルすることができる。キャリアが少なくとも磁性体とシリコーン樹脂から構成されていると、磁性体も回収することができ、再利用することができる。

【００２１】

【発明の実施の形態】以下、本発明を実施例を用いて具体的に説明する。ただし、本発明は以下の実施例に限定されない。

【００２２】実施例１

図４（Ａ）に示す容積６ｃｍ³のＳＵＳ３１６製の反応容器を用いて下記のシリコーン樹脂から微粒子を形成した。

（シリコーン樹脂）

ＲＳＲ２１３（東レダウコーニング・シリコーン株式会社製）
６０００．００重量部

ＲＳＲ２１３Ａ　ＣＡＴ（東レダウコーニング・シリコーン株式会社製）
１７７．２０重量部

上記を混合後アルミ版に塗布し、２００℃で約３０分焼※　※成し、シリコーン樹脂を得た。

（超臨界水処理）

上記シリコーン樹脂	１．０重量部
水	２．８５重量部

上記混合物を反応容器に入れ、内部の空気をアルゴンで置換した。４００℃に調整した図４（Ｂ）に示す流動砂浴中で反応容器を一定時間（１時間）反応させた。容器内部圧力は４００℃に加熱することで水の膨張圧により３５ＭＰａまで達した。反応後、反応容器を水浴中に入★れ反応を停止させた。反応液を濾過し生成粒子を回収した。得られた生成粒子は球形で直径約０．３μｍであった。得られた生成粒子の電子顕微鏡写真を図１に示す。

【００２３】

実施例２

（超臨界水処理）

実施例１のシリコーン樹脂	１．０重量部
水	１．０重量部

上記混合物を図４（Ａ）に示す反応容器に入れ、内部の空気をアルゴンで置換した。４００℃に調整した図４（Ｂ）に示す流動砂浴中で反応容器を一定時間（１時間）反応させた。容器内部圧力は４００℃に加熱するこ

とで水の膨張圧により２５ＭＰａまで達した。反応後、反応容器を水浴中に入れ反応を停止させた。反応液を濾過し生成粒子を回収した。得られた生成粒子は球形で直径約１．５μｍであった。得られた生成粒子の電子顕微鏡写真を図２に示す。

＊

上記キャリア　　０．３重量部
水　　１．０重量部

上記混合物を図４（Ａ）に示す反応容器に入れ、内部の空気をアルゴンで置換した。４００℃に調整した図４（Ｂ）に示す流動砂浴中で反応容器を一定時間（１時間）反応させた。容器内部圧力は４００℃に加熱することで水の膨張圧により２５ＭＰａまで達した。反応後、反応容器を水浴中に入れ反応を停止させた。反応液を濾過し生成粒子を回収した。得られた生成粒子は球形で直径約１．５μｍであった。得られた生成粒子の電子顕微鏡写真を図３に示す。

【００２５】

【発明の効果】本発明のシリコーン微粒子を形成する方法により、シリコーン樹脂として新しい原料を用いて容易な方法で均一な粒子径をもつ球形粒子を形成することができる。また、使用済みシリコーン樹脂からも容易な※

＊【００２４】実施例３

（キャリアの超臨界水処理）現像剤であるＲＩＣＨＯ　ＤＥＶＥＬＯＰＥＲ　ＴＹＰＥ６（株式会社リコー製）を風篩を用いトナーとキャリアに分離した。

※方法で均一な粒子径をもつ球形粒子を形成することができ、資源を有効活用できる。また、容易な制御手段で球形粒子の粒子径を制御できる。

【図面の簡単な説明】

【図１】実施例１で得られた微粒子の電子顕微鏡写真である。

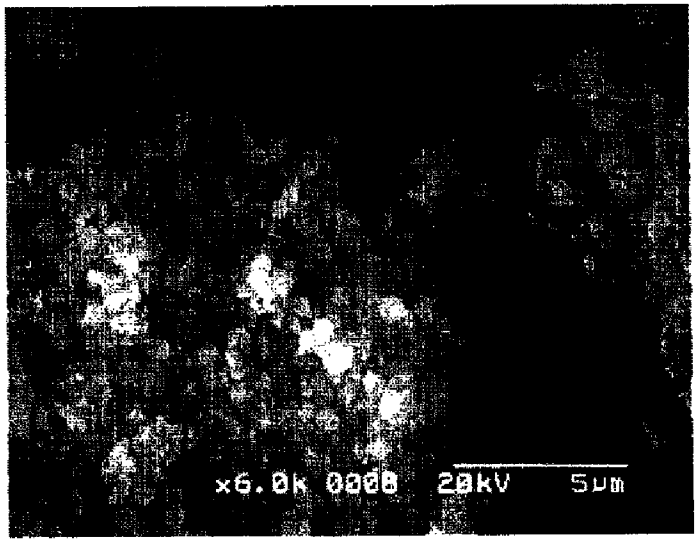
【図２】実施例２で得られた微粒子の電子顕微鏡写真である。

【図３】実施例３で得られた微粒子の電子顕微鏡写真である。

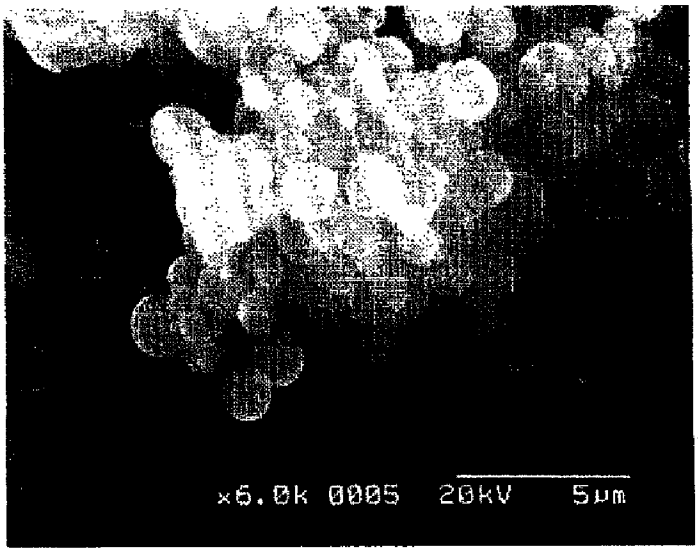
【図４】本発明の実施例で用いた反応容器（Ａ）及び、反応容器の加熱装置（Ｂ）である。

【図５】水の状態図である。

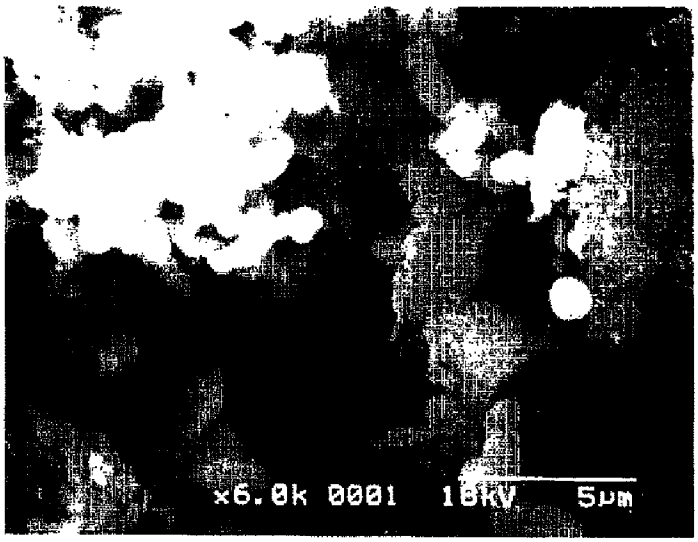
【図１】



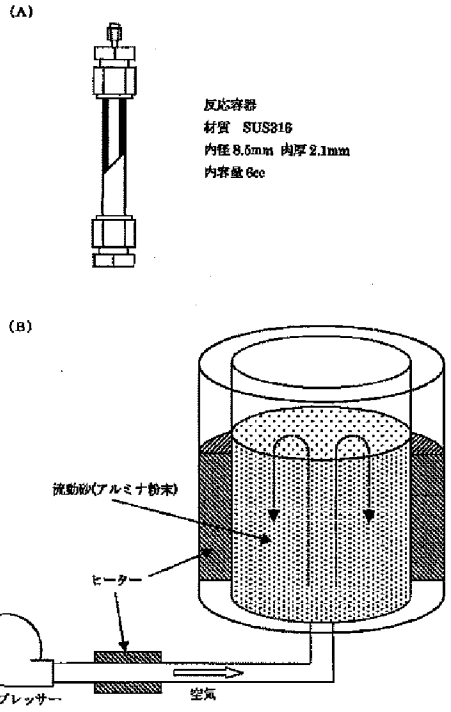
【図２】



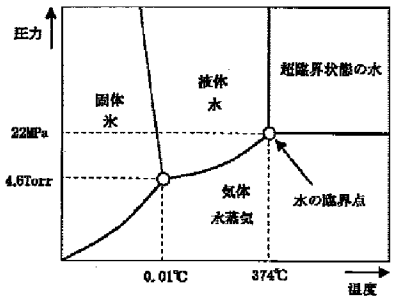
【図３】



【図４】



【図５】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.[7]	識別記号	F I		テーマコード (参考)
Ｂ２９Ｂ	17/02	Ｃ０８Ｌ	83:04	
Ｇ０３Ｇ	9/10	Ｇ０３Ｇ	9/10	３５２
	9/113	Ｂ０９Ｂ	3/00	３０４Ｚ
// Ｃ０８Ｌ	83:04			ＺＡＢ

(72)発明者　伊藤　嘉彦
東京都大田区中馬込１丁目３番６号　株式会社リコー内
(72)発明者　新井　邦夫
宮城県仙台市太白区富沢３丁目４－６
(72)発明者　阿尻　雅文
宮城県仙台市太白区三神峯１－３－４－203

Ｆターム(参考)　2H005 BA00 BA02 BA06 BA11 CA12
4D004 AA07 AA50 BA06 BA10 CA12 CA14 CA34 CA39 CB04 CB31 CC03 DA02 DA07
4F070 AA60 AB01 AB02 AB03 AB05 AC12 DA60 DC07 DC11
4F301 AA21 BF06 BF23 BF31
4G075 AA22 AA27 AA37 BB03 BB05 CA02 CA03 CA65 DA02 EA06 EB12

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-096198
(43)Date of publication of application : 03.04.2003

(51)Int.Cl. C08J 3/12
B01J 3/00
B01J 19/00
B09B 3/00
B29B 17/02
G03G 9/10
G03G 9/113
// C08L 83:04

(21)Application number : 2001-289079
(22)Date of filing : 21.09.2001

(71)Applicant : RICOH CO LTD
(72)Inventor : SANTO HIDEYUKI
SUGIYAMA KUNITOSHI
ITO YOSHIHIKO
ARAI KUNIO
AJIRI MASAFUMI

(54) METHOD FOR FORMING FINE PARTICLE FROM SILICONE RESIN, AND FINE PARTICLE OBTAINED BY THE SAME

(57)Abstract:
PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for obtaining a silicone resin fine particle by employing a silicone resin as a starting material, and, in particular, to provide a means for effectively utilizing a silicone resin to be discarded.
SOLUTION: The method for forming a fine particle from a silicone resin comprises forming a fine particle by treating a silicone resin with water in a supercritical state (a region of a pressure higher than the critical pressure and a temperature higher than the critical temperature) or a subcritical state (a region where the pressure is slightly lower than the critical pressure and/or the temperature is slightly lower than the critical temperature). As the silicone resin, a developer carrier for electrophotograph can be employed. A silicone resin fine particle and a core can be obtained from a carrier and the carrier can be regenerated.

* NOTICES *

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2.**** shows the word which can not be translated.
3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]
[Claim 1]How to form particles from silicone resin processing silicone resin with water of supercritical (field more than the critical pressure and critical temperature), or a subcritical (both or either is slightly low field from critical temperature and the critical pressure) state, and forming particles.
[Claim 2]How to form particles from the silicone resin according to claim 1, wherein said silicone resin is the silicone resin which carried out conversion with straight silicone which consists only of an ORGANO siloxane bond, alkyd, polyester, epoxy, or urethane.
[Claim 3]A way said silicone resin forms particles from the silicone resin according to claim 1 or 2 being coated resin of a developer career for electro photography.
[Claim 4]Particles obtained from the silicone resin according to any one of claims 1 to 3 by a method of forming particles.
[Claim 5]A regeneration method of a career carrying out exfoliation formation by a method according to claim 3 by making silicone resin of the surface of a developer career for electro photography into silicone resin particles, obtaining a core material of a career, and carrying out the re-coat of this core material.
[Claim 6]A core material for developer careers for electro photography obtained by a regeneration method of the career according to claim 5.

[Translation done.]

* NOTICES *

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2.**** shows the word which can not be translated.
3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]
[0001]
[Field of the Invention]This invention relates to the manufacturing method of the particles which used the manufacturing method of the particles of silicone resin especially supercritical, or a subcritical fluid. It is applicable also to reuse of coated resin of various fields using silicone resin, for example, an optical fiber, about the recycling technique of silicone resin adhering to the career for electro photography.
[0002]
[Description of the Prior Art]There are the RESS method, a hydrothermal crystallization method, etc. as a creation-of-particles method using supercritical fluid. After the RESS method dissolves a raw material in supercritical fluid, by injecting from a nozzle, it is a method of making it decompressing quickly and depositing particles, and can generate the particles of the diameter of mum from nm. Hydrothermal crystallization methods are the method of heating a metallic salt solution, making it hydrolyze, and generating metal hydroxide, and a method which dehydration occurs in an elevated temperature and a metallic oxide particle generates (above hydrothermal handbook).
[0003]As an option, JP,9-94473,A and JP,8-113652,A have the method of an indication. It is the method of obtaining the particles of polymers, by the former distributing a particle in supercritical fluid, making it inject from a nozzle, making it crush it, and being the method of obtaining particles, and the latter's dissolving a polymeric solid in supercritical carbon dioxide or a polar organic solvent, and carrying out quick inflation.
[0004]In the Prior art, the method of forming particles from silicone resin using supercritical fluid, the method of forming particles simultaneously with decomposition of silicone resin, or the method of recycling used silicone resin and forming particles was not.
[0005]
[Problem(s) to be Solved by the Invention]The method of forming the conventional silicone resin particles is the method of forming particles using a new raw material, and has neither incineration nor a difficult, effective processing means by a substance insoluble and infusible in used silicone resin, and it reclaims land from many. The career with which many things of composition of that especially the developer career for electro photography used for the developer of a common copying machine coated the magnetic body with silicone resin are used, and deteriorated had many which are discarded, and was not reused.
[0006]Then, the purpose of this invention is to provide the method of obtaining particles by using silicone resin as a raw material in the first place, and is providing the means of effective use of the silicone resin discarded especially. It is obtaining particles from silicone resin of the coat of a career by processing the developer career for electro photography furthermore discarded by the method of this invention, and reusing the core material inside the career from which silicone resin was removed.
[0007]
[Means for Solving the Problem]This invention persons found out wholeheartedly that the purpose of this invention could be attained by processing silicone resin with water of supercritical or a subcritical state, and obtaining particles as a result of examination. That is, this invention consists of the following (1) - (6).
[0008](1) How to form particles from silicone resin processing silicone resin with water of supercritical (field more than the critical pressure and critical temperature), or a subcritical (both or either is slightly low field from critical temperature and the critical pressure) state, and forming particles.
[0009](2) How to form particles from silicone resin given in (1), wherein said silicone resin is the silicone resin which carried out conversion with straight silicone which consists only of an ORGANO siloxane bond, alkyd, polyester, epoxy, or urethane.
[0010](3) How to form particles from silicone resin (1) to which said silicone resin is characterized by being coated resin of a developer career for electro photography, or given in (2).
[0011](4) The above (1) Particles obtained by a method of forming particles in either of - (3) from silicone resin of a statement.
[0012](5) A regeneration method of a career carrying out exfoliation formation by a method of the aforementioned (3) statement by making silicone resin of the surface of a developer career for electro photography into silicone resin particles, obtaining a core material of a career, and carrying out the re-coat of this core material.
[0013](6) A core material for developer careers for electro photography obtained by a regeneration method of a career of the aforementioned (5) statement.
[0014]Particles which are characterized by this invention's processing silicone resin with water of supercritical or a subcritical state, and forming particles, and were obtained are globular form particles with uniform particle diameter.
[0015]In order to explain supercritical and a subcritical state, a constitutional diagram of water is first shown in drawing 5. As temperature and a pressure of water of supercritical [in this invention], or a subcritical state, it is preferred that they are not less than 300 ** and 20 MPa or more. Desirable ranges are not less than 350 ** and 25 MPa or more. Particles of a uniform path cannot be obtained as temperature is less than 300 ** and a pressure is less than 20 MPa.
[0016]By adjusting supercritical or temperature in a subcritical state, and a pressure, particle diameter of this globular form particle can be controlled, and it becomes possible to control particle diameter of globular form particles by an easy control means. Particle diameter obtained, so that temperature and a pressure are generally made high becomes small.
[0017]As for a process returned to ordinary temperature ordinary pressure from supercritical or a subcritical state, in this invention, it is preferred to quench or carry out rapid expansion. It can be considered as particles of a uniform path by doing in this way.
[0018]It is the batch operation which teaches silicone resin of a raw material to a reaction vessel at a time, obtains water of supercritical or a subcritical state by batch operation substantially as operation of obtaining particles from silicone resin of this invention, and is discharged at a time after a reaction, and it is preferred that quantity of water is at least 1 or more times of silicone resin. If there is little quantity of water compared with quantity of silicone resin, resin will not be disassembled enough and particles will not be obtained. A raw material can be prepared in a flow conduit and it can also be made to react by pouring water of supercritical or a subcritical state there.
[0019]Silicone resin which carried out conversion as silicone resin used for this invention with straight silicone which consists only of an ORGANO siloxane bond or alkyd, polyester, epoxy, urethane, etc. is preferred. Although a new raw material may be used for silicone resin, it may be coated resin of a developer career for electro photography. As a developer career, they may be a defect or a used career.
[0020]A career will be processed by water of supercritical or a subcritical state if coated resin of a career of a developer for electro photography is used as silicone resin. That is, exfoliation formation of the silicone resin is carried out as silicone resin particles from a career, and a career is divided into a core material and silicone resin. An obtained core material is recyclable as a core material for careers by carrying out a coat again, after collecting and carrying out washing desiccation. If a career comprises a magnetic body and silicone resin at least, magnetic bodies can also be collected and it can reuse.
[0021]
[Embodiment of the Invention]Hereafter, this invention is concretely explained using an example. However, this invention is not limited to the following examples.
[0022]Particles were formed from the following silicone resin using the reaction vessel made from SUS316 of capacity ^{3} of 6 cm shown in example 1 drawing 4 (A).
(Silicone resin)

http://www4.ipdl.inpit.go.jp/cgi-bin/tran_web_cgi_ejje?atw_u=http%3A%2F%2Fwww4.ipdl.i... 2009/03/03

RSR213 (made by Dow Corning Toray Silicone, Inc.)
6000.00 weight section RSR213A CAT (made by Dow Corning Toray Silicone, Inc.)
The 177.20 weight-section above was applied to the after-mixing aluminum version, it calcinated at 200 ** for about 30 minutes, and silicone resin was obtained.
(Supercritical water treatment)
The above-mentioned silicone resin 1.0 weight section Water The 2.85 weight-section above-mentioned mixture was put into the reaction vessel, and argon replaced internal air. The fixed time (1 hour) reaction of the reaction vessel was carried out in the flow sand bath shown in drawing 4 (B) adjusted to 400 **. Container internal pressure reached to 35MPa with water-expansion pressure by heating at 400 **. After the reaction, the reaction vessel was put in while bathing itself, and the reaction was stopped. Reaction mixture was filtered and generation particles were collected. The obtained generation particles were about 0.3 micrometer in diameter in the globular form. The electron microscope photograph of the obtained generation particles is shown in drawing 1.
[0023]
Example 2 (supercritical water treatment)
Silicone resin of Example 1 1.0 weight section Water The 1.0 weight-section above-mentioned mixture was put into the reaction vessel shown in drawing 4 (A), and argon replaced internal air. The fixed time (1 hour) reaction of the reaction vessel was carried out in the flow sand bath shown in drawing 4 (B) adjusted to 400 **. Container internal pressure reached to 25MPa with water-expansion pressure by heating at 400 **. After the reaction, the reaction vessel was put in while bathing itself, and the reaction was stopped. Reaction mixture was filtered and generation particles were collected. The obtained generation particles were about 1.5 micrometers in diameter in the globular form. The electron microscope photograph of the obtained generation particles is shown in drawing 2.
[0024]RICHO DEVELOPER TYPE6 (Made by Ricoh) which is example 3 (supercritical water treatment of a career) developer was divided into the toner and the career using the air separator.
The above-mentioned career 0.3 weight section Water The 1.0 weight-section above-mentioned mixture was put into the reaction vessel shown in drawing 4 (A), and argon replaced internal air. The fixed time (1 hour) reaction of the reaction vessel was carried out in the flow sand bath shown in drawing 4 (B) adjusted to 400 **. Container internal pressure reached to 25MPa with water-expansion pressure by heating at 400 **. After the reaction, the reaction vessel was put in while bathing itself, and the reaction was stopped. Reaction mixture was filtered and generation particles were collected. The obtained generation particles were about 1.5 micrometers in diameter in the globular form. The electron microscope photograph of the obtained generation particles is shown in drawing 3.
[0025]
[Effect of the Invention]By the method of forming the silicone particles of this invention, the globular form particles which have uniform particle diameter by an easy method using a raw material new as silicone resin can be formed. The globular form particles which have uniform particle diameter by an easy method also from used silicone resin can be formed, and resources can be used effectively. The particle diameter of globular form particles is controllable by an easy control means.

[Translation done.]

* NOTICES *

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2.**** shows the word which can not be translated.
3.In the drawings, any words are not translated.

DESCRIPTION OF DRAWINGS

[Brief Description of the Drawings]
[Drawing 1]It is an electron microscope photograph of the particles obtained in Example 1.
[Drawing 2]It is an electron microscope photograph of the particles obtained in Example 2.
[Drawing 3]It is an electron microscope photograph of the particles obtained in Example 3.
[Drawing 4]It is heating apparatus (B) of the reaction vessel (A) used in the example of this invention, and a reaction vessel.
[Drawing 5]It is a constitutional diagram of water.

[Translation done.]